МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКТЫ МОЛОЧНЫЕ ДЛЯ ДЕТСКОГО ПИТАНИЯ

Методы измерений массовой доли витамина С (аскорбиновой кислоты)

Издание официальное

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН МТК 186 и Научно-исследовательским институтом детского питания

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 12 ноября 1998 г. № 14)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Грузия	Грузстандарт
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдова-Стандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная Государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 28 апреля 1999 г. № 143 межгосударственный стандарт ГОСТ 30627.2—98 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 мая 2000 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Июнь 2009 г.

© ИПК Издательство стандартов, 1999
© СТАНДАРТИНФОРМ, 2009

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ПРОДУКТЫ МОЛОЧНЫЕ ДЛЯ ДЕТСКОГО ПИТАНИЯ

Методы измерений массовой доли витамина С (аскорбиновой кислоты)

Infant milk products.
Methods for determination of mass part of vitamin C (Acidum ascorbinium)

Дата введения 2000—05—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на молочные продукты для детского питания и устанавливает методы измерений массовой доли витамина С.

Методы основаны на взаимодействии витамина С (аскорбиновой кислоты) с натрием 2, 6-дихлорфенолиндофенолятом с последующим количественным определением витамина С титрованием или колориметрированием.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 61—75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 199—78 Реактивы. Натрий уксуснокислый 3-водный. Технические условия

ГОСТ 334—73 Бумага масштабно-координатная. Технические условия

ГОСТ 841—76 Реактивы. Кислота метафосфорная. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118—77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4212—76 Реактивы. Приготовление растворов для колориметрического и нефелометрического анализа

ГОСТ 4919.1—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 4919.2—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления буферных растворов

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 10652—73 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б). Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 19908—90 Тигли, чаши, стаканы, колбы, воронки, пробирки и наконечники из прозрачного кварцевого стекла. Общие технические условия

ГОСТ 24104—88* Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

---

* С 1 июля 2002 г. действует ГОСТ 24104—2001.

Издание официальное

ГОСТ 26809—86 Молоко и молочные продукты. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу

ГОСТ 27752—88 Часы электронно-механические кварцевые настольные, настенные и часы-будильники. Общие технические условия

ГОСТ 28498—90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть I. Общие требования

ГОСТ 29251—91 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть I. Общие требования

3 Методы отбора проб

Отбор проб и подготовка их к измерению по ГОСТ 26809.

4 Колориметрический метод измерения массовой доли витамина С в сухих молочных продуктах детского питания

4.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Бумага масштабно-координатная (миллиметровая) по ГОСТ 334.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Весы лабораторные общего назначения 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104.

Воронки стеклянные лабораторные типа В по ГОСТ 25336.

Колбы исполнения 1 2-го класса точности номинальной вместимостью 50, 100, 1000 и 2000 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Колбы типа Кн исполнения 2 номинальной вместимостью 250, 750 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Пипетки номинальной вместимостью 5, 10 и 25 $см^3$ ценой деления шкалы 0,1 $см^3$ по ГОСТ 29227.

Пробки стеклянные по ГОСТ 19908.

Пробирки типа П4 номинальной вместимостью 20 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Секундомер [1] или часы по ГОСТ 27752.

Стаканы типа В исполнения 1 номинальной вместимостью 400, 1000 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

Термометр жидкостный (нертутный) диапазоном измерения от 0 до 100 °С ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Фотометр фотоэлектрический диапазоном измерения от 220 до 1100 нм [2] или колориметр фотоэлектрический диапазоном измерения от 200 до 2000 нм диапазоном измерения коэффициента пропускания от 100 до 1 % [3].

Цилиндры исполнения 1 вместимостью 100, 250, 500 и 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота аскорбиновая (витамин С) [4].

Кислота метафосфорная ч. по ГОСТ 841.

Кислота уксусная ч.д.а. или х.ч. по ГОСТ 61.

Натрий уксуснокислый 3-водный ч.д.а. по ГОСТ 199.

Натрий 2, 6-дихлорфенолиндофенолят х.ч. [5].

Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) ч.д.а. по ГОСТ 10652.

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов и материалов по качеству не ниже вышеуказанных.

Хранение растворов по ГОСТ 4212.

Хранение реактивов и особо чистых веществ по ГОСТ 4919.1 и ГОСТ 4919.2.

4.2 Подготовка к выполнению измерения

4.2.1 *Приготовление водного раствора метафосфорной кислоты массовой концентрации 60 г/дм³*

Взвешивают (120,00±0,04) г растертой в ступке метафосфорной кислоты на весах 4-го класса точности, растворяют в 100—300 см³ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 2000 см³, доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают и фильтруют.

Раствор хранят при (6±2) °С не более 7 сут.

4.2.2 *Приготовление водного раствора метафосфорной кислоты массовой концентрации 30 г/дм³*

Необходимый для измерения объем водного раствора метафосфорной кислоты массовой концентрации 60 г/дм³ смешивают с дистиллированной водой в соотношении 1:1.

Раствор готовят непосредственно перед применением.

4.2.3 *Приготовление водного раствора трилона Б (этилендиаминтетрацетат натрия) молярной концентрации с ($Na_2H_2C_{10}H_{12}O_8$)= 0,05 моль/дм³*

Взвешивают (3,600±0,004) г трилона Б на весах 2-го класса точности и растворяют в 100—300 см³ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 2000 см³, доливая дистиллированную воду до метки.

4.2.4 *Приготовление смеси водного раствора метафосфорной кислоты массовой концентрации 60 г/дм³ и раствора трилона Б (этилендиаминтетрацетат натрия) молярной концентрации с ($Na_2H_2C_{10}H_{12}O_8$) = 0,05 моль/дм³ (раствор осадителя)*

Отмеряют цилиндром 300 см³ водного раствора метафосфорной кислоты массовой концентрации 60 г/дм³ и 300 см³ раствора трилона Б молярной концентрации *с* ($Na_2H_2C_{10}H_{12}O_8$) = = 0,05 моль/дм³ в коническую колбу объемом 750 см³ и перемешивают.

Раствор готовят непосредственно перед применением.

4.2.5 *Приготовление раствора 2, 6-дихлорфенолиндофенолята натрия (раствор красителя)*

Взвешивают (0,100±0,001) г 2, 6-дихлорфенолиндофенолята натрия на весах 2-го класса точности, растворяют в 500 см³ свежекипяченной дистиллированной воды температурой (90±5) °С и фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см³ через складчатый фильтр. Промывают фильтр водой той же температуры, охлаждают раствор до (20±5) °С, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор хранят при (6±2) °С не более 7 сут.

4.2.6 *Приготовление водного раствора уксусной кислоты молярной концентрации с (CH_3COOH) = = 0,5 моль/дм³*

3 см³ уксусной кислоты растворяют в 30—50 см³ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 100 см³, доводят той же водой до метки и перемешивают.

4.2.7 *Приготовление ацетатного буферного раствора*

Взвешивают (90,8 ± 0,1) г уксуснокислого натрия на весах 4-го класса точности, растворяют в 100—300 см³ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 2000 см³, добавляют 5 см³ раствора уксусной кислоты молярной концентрации *с* (CH_3COOH) = 0,5 моль/дм³, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

4.2.8 *Приготовление смеси растворов красителя и ацетатного буферного раствора*

Отмеряют цилиндром 50 см³ раствора красителя и 50 см³ ацетатного буферного раствора в коническую колбу вместимостью 250 см³ и перемешивают.

Раствор готовят непосредственно перед применением.

4.2.9 *Приготовление основного раствора витамина С (аскорбиновой кислоты) массовой концентрации 2 мг/см³*

Взвешивают (0,200 ± 0,001) г витамина С на весах 2-го класса точности, растворяют в 30—50 см³ водного раствора метафосфорной кислоты массовой концентрации 30 г/дм³ в мерной колбе вместимостью 100 см³ и доводят до метки тем же раствором.

Раствор готовят непосредственно перед применением.

4.2.10 *Приготовление рабочего раствора витамина С массовой концентрации 100 мкг/см³*

5 см³ основного раствора витамина С растворяют в 30—50 см³ раствора осадителя, приготовленного в соответствии с 4.2.4 в мерной колбе вместимостью 100 см³, доводят до метки тем же раствором и перемешивают.

Раствор готовят непосредственно перед применением.

4.2.11 *Построение калибровочного графика*

Отмеряют в шесть мерных колб вместимостью 50 см³ пипеткой по 3, 4, 5, 6, 7 и 8 см³ рабочего раствора витамина С, доводят содержимое колб до метки раствором осадителя и перемешивают.

Массовые концентрации витамина С будут равны соответственно 6, 8, 10, 12, 14 и 16 мкг/см^3.

Берут по 5 см^3 раствора каждого разведения в пробирки, добавляют в каждую пробирку по 10 см^3 смеси растворов красителя и ацетатного буферного раствора, перемешивают и определяют значение оптической плотности на колориметре или фотометре при длине световой волны 515 нм против холостой пробы.

В пробирке готовят холостую пробу, состоящую из 5 см^3 раствора осадителя, 10 см^3 приготовленной смеси растворов красителя и ацетатного буферного раствора с добавлением нескольких гранул витамина С для обесцвечивания красителя.

Для построения калибровочного графика по оси ординат откладывают полученные значения оптической плотности, а по оси абсцисс — соответствующие им массовые концентрации витамина С.

Длины осей для построения графика должны быть не менее 160 мм.

4.3 Проведение измерения

Навеску сухого продукта берут с учетом массовой доли витамина С в продукте.

Массовая доля витамина С, млн$^{-1}$	Навеска продукта, г
100—500	1,50±0,04
более 500	1,00±0,04

Навеску продукта помещают в мерную колбу вместимостью 25 см^3 (при массовой доле витамина С в продукте от 100 до 250 млн$^{-1}$), 50 см^3 (при массовой доле витамина С в продукте от 250 до 750 млн$^{-1}$) и 100 см^3 (при массовой доле витамина С в продукте более 750 млн$^{-1}$), добавляют раствор осадителя до метки, перемешивают и фильтруют через бумажный фильтр в коническую колбу вместимостью 100 см^3.

Берут пипеткой 5 см^3 фильтрата в пробирку, добавляют 10 см^3 смеси растворов красителя и ацетатного буферного раствора, перемешивают и определяют значение оптической плотности на колориметре или фотометре при длине световой волны 515 нм против холостой пробы.

Определяют массовую концентрацию витамина С в фильтрате по калибровочному графику.

4.4 Обработка результатов измерения

Массовую долю витамина С (аскорбиновой кислоты) X, млн$^{-1}$, вычисляют по формуле

$$X = \frac{\rho_c V}{m}, \qquad (1)$$

где ρ_c — массовая концентрация аскорбиновой кислоты в фильтрате, определенная по калибровочной кривой, мкг/см^3;

V — общий объем разведения продукта, см^3;

m — масса пробы продукта, взятая для измерения, г.

За окончательный результат измерения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений. Вычисления проводят до первого десятичного знака и округляют до целого числа.

Относительная погрешность измерения массовой доли витамина С — ± 15 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Расхождение между результатами двух параллельных определений не должно превышать 7 % среднеарифметического значения результатов измерений.

Расхождение между результатами измерений, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать 15 % среднеарифметического значения результатов измерений.

5 Метод измерения массовой доли витамина С в жидких молочных продуктах детского питания методом титрования

5.1 Аппаратура, материалы и реактивы

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Бюретки исполнения 6 2-го класса точности номинальной вместимостью 2 см^3 ценой деления шкалы 0,01 см^3 по ГОСТ 29251.

Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ 24104.

Весы лабораторные общего назначения 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104.

Воронки стеклянные лабораторные типа В по ГОСТ 25336.

Колбы мерные исполнения 1 2-го класса точности номинальной вместимостью 50, 100, 500, 1000, 2000 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Колбы типа Кн исполнения 2 номинальной вместимостью 50, 100, 250 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Пипетки исполнений 6, 7 номинальной вместимостью 5, 10 $см^3$ ценой деления шкалы 0,1 $см^3$ по ГОСТ 29227.

Секундомер [1] или часы по ГОСТ 27752.

Стаканы типа В исполнения 1 номинальной вместимостью 400, 1000 $см^3$ по ГОСТ 25336.

Ступка фарфоровая с пестиком по ГОСТ 9147.

Термометр жидкостный (нертутный) диапазоном измерения от 0 до 100 °С ценой деления шкалы 1 °С по ГОСТ 28498.

Цилиндры исполнения 1 вместимостью 100, 500 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Кислота аскорбиновая (витамин С) [4].

Кислота метафосфорная ч. по ГОСТ 841.

Кислота соляная х. ч. по ГОСТ 3118.

Натрий 2, 6-дихлорфенолиндофенолят х. ч. [5].

Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками и оборудования с техническими характеристиками не хуже, а также реактивов и материалов по качеству не ниже вышеуказанных.

Хранение растворов по ГОСТ 4212.

Хранение реактивов и особо чистых веществ по ГОСТ 4919.1 и ГОСТ 4919.2.

5.2 Подготовка к выполнению измерения

5.2.1 *Приготовление водного раствора метафосфорной кислоты массовой концентрации 60 $г/дм^3$*

Согласно 4.2.1.

5.2.2 *Приготовление водного раствора метафосфорной кислоты массовой концентрации 30 $г/дм^3$*

Согласно 4.2.2.

5.2.3 *Приготовление водного раствора соляной кислоты массовой концентрации 20 $г/дм^3$*

46 $см^3$ соляной кислоты плотностью 1,185 $г/см^3$ растворяют в 300—500 $см^3$ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

5.2.4 *Приготовление основного раствора витамина С (аскорбиновой кислоты) массовой концентрации 1 $мг/см^3$*

Взвешивают (0,100±0,001) г витамина С на весах 2-го класса точности, растворяют в 30—50 $см^3$ водного раствора метафосфорной кислоты массовой концентрации 30 $г/дм^3$ в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$ и доводят до метки тем же раствором.

Раствор готовят непосредственно перед применением.

5.2.5 *Приготовление рабочего раствора витамина С массовой концентрации 0,1 $мг/см^3$*

10 $см^3$ основного раствора витамина С растворяют в 30—50 $см^3$ раствора метафосфорной кислоты массовой концентрации 30 $г/дм^3$ в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$ и доводят до метки тем же раствором.

Раствор готовят непосредственно перед применением.

5.2.6 *Приготовление раствора 2, 6-дихлорфенолиндофенолята натрия (раствор красителя)*

Взвешивают (0,200±0,001) г 2, 6-дихлорфенолиндофенолята натрия на весах 2-го класса точности, растворяют в 300 $см^3$ свежекипяченной дистиллированной воды температурой (80±5) °С, фильтруют через складчатый фильтр в мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ и промывают фильтр водой той же температуры. Охлаждают раствор до (20±5) °С и доводят до метки охлажденной до той же температуры дистиллированной водой.

Раствор хранят при (6±2) °С не более 7 сут.

5.2.7 *Определение титра раствора 2, 6-дихлорфенолиндофенолята натрия*

В две конические колбы наливают по 9 $см^3$ водных растворов метафосфорной кислоты массовой концентрации 30 $г/дм^3$ или соляной кислоты массовой концентрации 20 $г/дм^3$ и по 1 $см^3$ раствора витамина С массовой концентрации 0,1 $мг/см^3$ и быстро титруют раствором 2, 6-дихлорфенолиндофенолята натрия до светло-розовой окраски, не исчезающей в течение 15 с.

Таким же образом титруют 10 см^3 водного раствора метафосфорной кислоты массовой концентрации 30 г/дм^3 (холостая проба).

Титр раствора T, мг/см^3, вычисляют по формуле

$$T = \frac{0{,}1 \cdot 1{,}0}{V - V_0}, \qquad (2)$$

где 1,0 — значение объема раствора витамина С, см^3;

0,1 — значение массовой концентрации рабочего раствора витамина С, мг/см^3;

V — объем раствора 2, 6-дихлорфенолиндофенолята натрия, израсходованного на титрование рабочего раствора витамина С, см^3;

V_0 — объем раствора 2, 6-дихлорфенолиндофенолята натрия, израсходованного на титрование метафосфорной кислоты массовой концентрации 30 г/дм^3 (холостая проба), см^3.

5.2.8 *Подготовка фильтрата*

Взвешивают (10,00±0,04) г продукта и вносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3 (при расчетной массовой доле витамина С в продукте от 20 до 80 млн$^{-1}$), 100 см^3 (при расчетной массовой доле витамина С в продукте свыше 80 млн$^{-1}$), добавляют 15—20 см^3 раствора метафосфорной кислоты массовой концентрации 60 г/дм^3, перемешивают не менее 1 мин, доводят до метки раствором метафосфорной кислоты массовой концентрации 30 г/дм^3, перемешивают и фильтруют.

Вместо метафосфорной кислоты можно использовать соляную кислоту, приготовленную по 5.2.3.

5.3 Проведение измерения

10 см^3 фильтрата вносят в коническую колбу вместимостью 50 см^3 и титруют раствором 2, 6-дихлорфенолиндофенолята натрия до слабо-розового окрашивания, не исчезающего в течение 15 с, согласно 5.2.7.

5.4 Обработка результатов измерения

Массовую долю витамина С (аскорбиновой кислоты) X, млн$^{-1}$ вычисляют по формуле

$$X = \frac{T(V - V_0)V_1 1000}{V_2 m} \qquad (3)$$

где T — титр раствора 2, 6-дихлорфенолиндофенолята натрия, мг/см^3;

V — объем раствора 2, 6-дихлорфенолиндофенолята натрия, израсходованный на титрование анализируемого раствора, см^3;

V_0 — объем раствора 2, 6-дихлорфенолиндофенолята натрия, израсходованный на титрование холостой пробы, см^3;

V_1 — общий объем раствора, см^3;

1000 — коэффициент пересчета, мкг;

V_2 — объем фильтрата, взятый на титрование, см^3;

m — масса пробы продукта, г.

За окончательный результат измерения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений. Вычисления проводят до первого десятичного знака и округляют до целого числа.

Относительная погрешность измерения массовой доли витамина С — ± 15 % при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

Расхождение между результатами двух параллельных измерений не должно превышать 7 % среднеарифметического значения результатов измерений.

Расхождение между результатами измерений, выполненных в двух разных лабораториях, не должно превышать 15 % среднеарифметического значения результатов измерений.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Библиография

[1] ТУ 25—1819.0021—90 Секундомеры механические «Слава»
[2] ТУ 3—3.2164—89 Фотометр фотоэлектрический КФК-3
[3] ТУ 3-КРАЮ.414216.001—90 Колориметр фотоэлектрический концентрационный КФК-2Ц.
[4] ГФ СССР—X ст. 6 Кислота аскорбиновая
[5] ТУ 6—09—2808—77 Натрий 2, 6-дихлорфенолиндофенолят

УДК 637.1:543.06:006.354 МКС 67.100.10 Н19 ОКСТУ 9209

Ключевые слова: витамин С (аскорбиновая кислота), водный раствор массовой концентрации, ацетатный буферный раствор, оптическая плотность

gost.e-ecolog.ru